



REÇU 04 OCT. 2004

OMPI PCT

# BREVET D'INVENTION

**CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 07 JUIL. 2004

**DOCUMENT DE PRIORITÉ**

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

Des Archives Copi



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 260899

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE <b>04 JUIL 2003</b> INPI LYON LIEU <b>0308210</b> N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>04 JUIL. 2003</b>		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b> ESSON Jean-Pierre RHODIA SERVICES Direction de la Propriété Industrielle Centre de Recherches de Lyon BP 62 69192 SAINT-FONS CEDEX	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) R 03102			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N°	Date
ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>	Date
Demande de brevet initiale		N°	Date
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> PROCEDE DE PREPARATION DE PERLE A BASE DE POLYMERE EXPANSE			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES	
Prénoms			
Forme juridique		SA	
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Adresse		Rue Avenue Ramboz BP 33	
		Code postal et ville 69192 SAINT FONS Cedex	
Pays		FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

4 JUL 2005 REMISE DES PIÈCES DAT 69 INPI LYON LIEU N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		0308210		OB 540 W / 250899	
Vos références pour ce dossier : (facultatif)			R 03102		
<b>6 MANDATAIRE</b>					
Nom			ESSON		
Prénom			Jean-Pierre		
Cabinet ou Société			RHODIA SERVICES		
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			07046		
Adresse	Rue	Direction de la Propriété Industrielle Centre de recherches de Lyon - BP 62			
	Code postal et ville	69192	SAINT-FONS CEDEX		
N° de téléphone (facultatif)			04.72.89.69.52		
N° de télécopie (facultatif)			04.72.89.69.68		
Adresse électronique (facultatif)					
<b>7 INVENTEUR (S)</b>					
Les inventeurs sont les demandeurs			<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée		
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>			Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)		
Établissement immédiat ou établissement différé			<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>		
Paiement échelonné de la redevance			Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non		
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>			Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):		
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes					
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)  ESSON Jean-Pierre			VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI  F. FÉLIX		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

## PROCEDE DE PREPARATION DE PERLE A BASE DE POLYMERE EXPANSE

La présente invention concerne un procédé de préparation d'un article à base de polymère expansé. L'invention concerne plus particulièrement un procédé de préparation  
5 d'une perle à base de polymère expansé.

Les matériaux synthétiques expansés sont utilisés dans de nombreux domaines, tels que l'isolation thermique ou phonique, la sellerie etc.

On distingue essentiellement deux types de matériaux expansés, également appelés mousses : les mousses structurales et les mousses non structurales.

10 Les mousses structurales sont des mousses rigides composées d'un cœur de faible densité et d'une peau dont la densité est proche de celle du polymère composant la matrice. Ces mousses peuvent être utilisées comme structures allégées dans le domaine de l'aéronautique ou de l'automobile par exemple.

Les mousses non structurales peuvent être flexibles ou rigides. Les mousses  
15 rigides sont utilisées dans le domaine de l'isolation thermique (le gaz présent dans les cellules joue le rôle d'isolant). Les mousses flexibles sont utilisées dans le domaine de l'ameublement et de la sellerie, pour leurs propriétés de compressibilité et d'amortissement, dans le domaine de l'emballage en raison de leur faible poids, ainsi que dans le domaine de l'isolation phonique (les mousses présentant une porosité ouverte  
20 ont la particularité d'absorber certaines fréquences).

On connaît différentes méthodes pour obtenir des mousses de polymère thermoplastique, telles que des mousses de polystyrène, de PVC, de polyéthylène, de polypropylène, etc, et notamment des mousses de polyamide.

Il est connu d'injecter des gaz sous pression dans le polymère à l'état fondu.

25 Il est également connu d'incorporer des porophores -charges instables thermiquement- dans le polymère à l'état fondu, qui libèrent un gaz lors de leur décomposition.

Il est également possible de dissoudre ou de disperser des composés dans le polymère à l'état fondu, la mousse étant obtenue par volatilisation de ces composés.

30 Enfin, il est connu d'obtenir des mousses à l'aide d'une réaction chimique dégageant du gaz, comme du dioxyde de carbone. C'est le cas par exemple des mousses polyuréthane obtenues par réaction entre des isocyanates, des polyols et de l'eau conduisant à la formation de polyuréthane avec libération de dioxyde de carbone.

Des mousses de polyamide peuvent également être obtenues par voie chimique,  
35 en mettant en présence des isocyanates et des lactames ainsi que des bases pour activer la polymérisation anionique.

Ces mousses de polymère thermoplastique, et notamment les mousses de polyamide, sont généralement mises en forme par moulage, par exemple par injection-moulage. Les articles ainsi obtenus sont généralement utilisés tels quels pour diverses applications.

5 Or pour certaines applications, le matériau en polymère expansé est introduit au sein d'autres matériaux. C'est le cas notamment dans le domaine des matériaux allégés, de type béton allégé. On recherche dans ce type d'applications un matériau expansé sous une forme aisément manipulable, dispersible dans la matrice etc. Des charges aciculaires sont connues pour ce type d'application. Mais leur forme est pénalisante  
10 notamment en terme de viscosité lors de leur introduction dans la matrice, ce qui limite par exemple la quantité de charges qu'il est possible d'incorporer dans la matrice. La forme sphérique des charges incorporées par exemple dans le béton, présente donc un avantage ; elles permettent en outre une optimisation de l'empilement dans le matériau.

De plus, pour certaines applications spécifiques telles que les bétons allégés, on  
15 recherche un article en matériau expansé présentant une porosité fermée. Ceci afin d'éviter notamment une absorption d'eau par l'article en matériau expansé, lors de la préparation du béton.

La présente invention propose dans un premier objet un procédé de préparation d'une perle à base de polymère expansé et à peau continue, comprenant les étapes  
20 successives suivantes :

- a) extruder à travers une filière une composition expansible comprenant un polymère thermoplastique et un agent d'expansion, à l'état fondu, pour réaliser l'expansion
- b) refroidir et couper le matériau expansé directement en sortie de filière à l'aide d'un couteau

25 L'invention concerne également une perle à base de polyamide expansé et à peau continue.

Par perle on entend un article de petite taille dont la plus grande dimension est inférieure ou égale à 15 mm. De préférence on entend par perle un article sphérique ou essentiellement sphérique.

30 Par perle à peau continue, on entend une perle ne présentant pas de porosité de surface. De préférence on entend par perle à peau continue une perle ne présentant pas de porosité par observation au microscope électronique à balayage jusqu'à un grossissement d'au moins 5000.

Tout polymère thermoplastique peut être mis en œuvre dans le cadre de l'invention.  
35 A titre d'exemple de polymère thermoplastique, on peut citer les polyamides, les polyesters, les polyuréthanes, les polyoléfines telles que le polyéthylène ou le polypropylène, le polystyrène etc.

Selon un mode de réalisation particulier du procédé de l'invention, le polymère thermoplastique est un polyamide.

Tout polyamide connu de l'homme du métier peut être utilisé dans le cadre de l'invention. Le polyamide est généralement un polyamide du type de ceux obtenus par polycondensation à partir de diacides carboxyliques et de diamines, ou du type de ceux obtenus par polycondensation de lactames et/ou aminoacides. Le polyamide de l'invention peut être un mélange de polyamides de différents types et/ou du même type, et/ou des copolymères obtenus à partir de différents monomères correspondant au même type et/ou à des types différents de polyamide.

A titre d'exemple de polyamide pouvant convenir pour l'invention, on peut citer le polyamide 6, le polyamide 6,6, le polyamide 11, le polyamide 12, les polyamides 4,6 ; 6,10 ; 6,12 ; 12,12, 6,36 ; les polyamides semi-aromatiques, par exemple les polyphtalamides obtenus à partir d'acide téréphtalique et/ou isophtalique tels que le polyamide commercialisé sous le nom commercial AMODEL, leurs copolymères et alliages.

Selon un mode de réalisation préférentiel de l'invention, le polyamide est choisi parmi le polyamide 6, le polyamide 6,6, leurs mélanges et copolymères.

Tout composition expansible comprenant un polymère thermoplastique et un agent d'expansion peut être utilisée dans le cadre de l'invention, ainsi que toute méthode pour la préparer.

Selon un premier mode de réalisation particulier du procédé de l'invention, l'agent d'expansion est un gaz pouvant se disperser ou se dissoudre dans le polymère à l'état fondu. La composition selon ce mode de réalisation est généralement préparée par introduction du gaz dans le polymère fondu, selon une méthode connue de l'homme du métier. Tout gaz connu de l'homme du métier pouvant se disperser ou se dissoudre dans le polymère de l'invention peut être utilisé. Le gaz est de préférence inerte. On peut citer comme exemple de gaz convenable dans le cadre de l'invention l'azote, le dioxyde de carbone, le butane etc.

Selon un deuxième mode de réalisation particulier du procédé de l'invention, l'agent d'expansion est un agent porogène. Tout agent porogène connu de l'homme du métier peut être utilisé. Il est introduit dans le polymère selon une méthode connue de l'homme du métier. On peut citer comme exemple d'agent porogène le diazocarbonamide. Selon ce mode particulier, la température lors de l'étape a) est de préférence supérieure ou égale à la température de décomposition de l'agent porogène.

Selon un troisième mode de réalisation particulier du procédé de l'invention, l'agent d'expansion est un composé volatile pouvant se dissoudre dans le polymère à l'état fondu. La composition selon ce mode de réalisation est généralement préparée par

introduction du composé volatil dans le polymère fondu, selon une méthode connue de l'homme du métier. Tout composé volatil connu de l'homme du métier pouvant se dissoudre dans le polymère de l'invention peut être utilisé. On peut citer comme exemple de composé volatil convenable dans le cadre de l'invention le butanol.

5 Selon un quatrième mode de réalisation particulier du procédé de l'invention, l'agent d'expansion est un composé chimique pouvant réagir chimiquement avec le polymère par chauffage. Un gaz est généralement généré lors de cette réaction, gaz qui est à l'origine de l'expansion du mélange. Ces composés chimiques sont connus de l'homme du métier. On peut par exemple citer le polycarbonate, qui réagit avec le  
10 polyamide et se décompose pour générer du dioxyde de carbone. La réaction chimique intervient lors de l'étape a). Toute méthode connue de l'homme du métier pour préparer la composition peut alors être utilisée. On peut par exemple réaliser un mélange intime des poudres du polymère et du composé chimique, ou un mélange des granulés de polymère et des granulés du composé chimique. Le polymère peut également se  
15 présenter sous la forme de granulés, que l'on enrobe par le composé chimique. Un autre mode de préparation de la composition est l'empâtage des différents composés.

Il est également possible d'introduire le composé chimique dans le polymère à l'état fondu.

20 Selon ce quatrième mode de réalisation, la température lors de l'étape a) doit être suffisante pour qu'il y ait réaction entre le polymère et le composé chimique, et génération de gaz.

Une combinaison des différents modes de réalisation décrits ci-dessus peuvent être mis en œuvre pour préparer la composition expansible du procédé de l'invention.

25 La composition expansible peut comprendre des additifs tels que des surfactants, des nucléants comme le talc, des plastifiants etc. Ces additifs sont connus de l'homme du métier.

La composition expansible peut également comprendre d'autres composés, tels que des charges de renfort comme les fibres de verre, des matifiants comme le dioxyde de titane ou le sulfure de zinc, des pigments, des colorants, des stabilisants chaleur ou  
30 lumière, des agents bioactifs, des agents antisalissure, des agents antistatiques, des ignifugeants etc. Cette liste n'a aucun caractère exhaustif.

Dans le cadre de l'invention, l'étape a) est avantageusement réalisée dans un dispositif de malaxage pouvant générer une pression supérieure à la pression atmosphérique. L'étape a) est de préférence réalisée dans une extrudeuse, encore plus  
35 préférentiellement dans une extrudeuse bi-vis.

La composition expansible peut être préparée selon un mode décrit ci-dessus, puis introduite dans le dispositif d'extrusion mis en œuvre lors de l'étape a). La composition peut être introduite sous forme solide ou liquide, par exemple à l'état fondu.

La composition expansible peut également être préparée *in situ* dans le même dispositif d'extrusion que celui mis en œuvre lors de l'étape a), avant l'extrusion de la composition selon l'étape a).

Par exemple lorsque la composition expansible est conforme au premier ou au troisième mode de réalisation particulier décrits ci-dessus, le gaz ou respectivement le composé volatile peuvent être introduits dans le fourreau ou le piston du dispositif d'extrusion de l'étape a), comprenant le polymère de la composition expansible à l'état fondu.

L'étape a) qui consiste à extruder la composition à travers une filière pour réaliser l'expansion est mise en œuvre d'une manière classique et connue de l'homme du métier.

L'étape b) consistant à refroidir et couper la matériau expansé, est avantageusement réalisée à l'aide d'un dispositif de granulation à coupe disposé à la sortie de la filière. Un tel dispositif de granulation est connu de l'homme du métier. Il comprend au moins un dispositif de coupe qui fait face à la plaque de filière à travers laquelle le polymère est extrudé, et un dispositif de refroidissement.

Le dispositif de coupe comprend généralement des couteaux, un porte-couteaux, et un moteur pour entraîner le porte-couteaux. Le porte-couteaux est habituellement rotatif.

Le dispositif de refroidissement peut consister en un dispositif de pulvérisation d'eau froide situé à proximité du dispositif de coupe et de la plaque de filière. C'est le cas des granulateurs à « coupe à chaud » connus de l'homme du métier. Le dispositif de coupe et la plaque filière peuvent également être disposés dans une chambre remplie d'eau. C'est le cas des granulateurs à « coupe en tête noyée » connus de l'homme du métier. Dans cette chambre remplie d'eau, l'eau est généralement en circulation et elle assure le refroidissement le transport des perles de polymère formées au niveau du dispositif de coupe vers un sécheur. Le séchage peut être réalisé à l'aide d'une centrifugeuse qui sépare l'eau et les perles, ou à l'aide d'un dispositif de cyclonage.

De tels dispositifs de granulateurs à « coupe en tête noyée » sont par exemple décrits dans le brevet américain US 5 059103.

Le refroidissement du matériau expansé permet notamment de figer ce dernier.

L'eau du dispositif de refroidissement peut être remplacée par un autre liquide, généralement utilisé comme solvant.

La mise en œuvre de tels granulateurs à « coupe en tête » dans le cadre de l'invention permet l'obtention de perles à base de polymère expansé et à peau continue. Elle permet également la fabrication de perles avec une bonne productivité.



La perle obtenue selon le procédé de l'invention présente avantageusement un diamètre inférieur ou égal à 10 mm, de préférence inférieur ou égal à 5 mm. La taille de la perle dépend de plusieurs paramètres ; elle dépend notamment du diamètre des trous de filière, du débit d'extrusion et de la fréquence de coupe.

5 La perle obtenue selon le procédé de l'invention présente avantageusement une masse volumique inférieure ou égale à  $0,8 \text{ g/cm}^3$ , de préférence inférieure ou égale à  $0,5 \text{ g/cm}^3$ , encore plus préférentiellement inférieure ou égale à  $0,3 \text{ g/cm}^3$ . La masse volumique de la perle de l'invention est mesurée selon le protocole décrit dans la partie expérimentale.

10 L'invention concerne également des perles à base de polyamide expansé et à peau continue.

Cette perle à base de polyamide présente avantageusement un diamètre inférieur ou égal à 10 mm, de préférence inférieur ou égal à 5 mm.

15 La perle à base de polyamide de l'invention présente avantageusement une masse volumique inférieure ou égale à  $0,8 \text{ g/cm}^3$ , de préférence inférieure ou égale à  $0,5 \text{ g/cm}^3$ , encore plus préférentiellement inférieure ou égale à  $0,3 \text{ g/cm}^3$ . La masse volumique de la perle à base de polyamide de l'invention est mesurée selon le protocole décrit dans la partie expérimentale

20 Les perles à base de polymère expansé de l'invention peuvent être utilisées telles quelles dans de nombreux domaines, tels que le bâtiment ou l'aéronautique, comme structure d'allègement par exemple. Elles peuvent également être introduites dans un dispositif de moulage, par exemple en vue d'un moulage par thermocompression.

25 D'autres détails ou avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la vue des exemples donnés ci-dessous et en référence aux figures annexées, qui ne constituent pas une limitation à l'invention.

La figure 1 représente une vue de dessus de la perle de l'invention, observée au microscope à balayage.

La figure 2 représente une vue en coupe de la perle de l'invention, observée au microscope à balayage.

30

#### Mesure de la masse volumique des perles

Le volume des perles est estimé par déplacement d'eau selon le protocole suivant :

35 Une fiole conique jaugée de volume adapté à la taille des perles est remplie d'eau jusqu'au bord du col, ce qui correspond à un volume  $V_1$  d'eau. La masse de l'ensemble fiole+eau est mesurée, on la note  $M_1$ . L'eau de la fiole est évacuée. La fiole est remplie par une masse  $m_1$  déterminée de perles. La fiole est à nouveau remplie d'eau jusqu'au bord du col. Le remplissage est effectué en s'assurant à l'aide d'une grille métallique que

le volume rempli est identique à V1 malgré la présence de perles à la surface. La masse de l'ensemble fiole+eau+perle est mesurée, elle est notée M2. La masse volumique de la perle est alors égale à  $m1/(M2-M1)$  en g/cm<sup>3</sup>

## 5 EXEMPLES

### Exemple 1

Un mélange de granulés de PA66 commercialisé par la société Rhodia Technical  
 10 Fibers sous la référence 132J00® (90% p/p) et de granulés de polycarbonate  
 commercialisé par la société Bayer sous la référence Makrolon 2207® (10% p/p), est  
 introduit dans une extrudeuse bavis commercialisée par la société Leistritz sous la  
 référence TSA-EMP 26-35®, équipée d'un système de coupe en tête noyé commercialisé  
 par la société Gala sous la référence LPU Mod 5. Le profil de température sur les  
 15 éléments de chauffe de la bi-vis sont (en °C) 270-280-280-280-280-280, l'adaptateur est  
 maintenu à 272°C et la filière chauffée à 330°C. La vitesse de rotation des vis est fixée à  
 201 tours.min<sup>-1</sup>. Le débit d'extrusion est de 15kg/h. La filière est composée d'un seul  
 orifice de diamètre 2.4 mm. L'eau de coupe est maintenue à 85°C.

Le porte-couteaux comporte deux couteaux et la fréquence de coupe est 2800  
 20 tours/min

On obtient par cette méthode des granulés de polyamide expansés rigides de  
 densité 0.6 g/cm<sup>3</sup>.

La figure 1 représente une vue de dessus de la perle de l'invention, observée au  
 microscope à balayage. On peut observer sur cette figure la peau continue de la perle

25 La figure 2 représente une vue en coupe de la perle de l'invention, observée au  
 microscope à balayage. On peut observer sur cette figure la peau continue de la perle et  
 sa porosité interne.

### Exemple 2

30 Un mélange de granulés de PET commercialisé par la société Wellman sous la  
 référence Permactear VI 84® (85% p/p) et de granulés de polycarbonate commercialisés  
 par la société GE Plastics sous la référence Lexan 121 – 111® (15%p/p) est introduit  
 dans une extrudeuse bavis commercialisée par la société Leistritz sous la référence TSA-  
 EMP 26-35®, équipée d'un système de coupe en tête noyé commercialisé par la société  
 35 Gala sous la référence LPU Mod 5. Le profil de température sur les éléments de chauffe  
 de la bi vis sont (en °C) 280-300-315-335-275, l'adaptateur est maintenu à 272°C et la  
 filière chauffée à 330°C. La vitesse de rotation des vis est fixée à 200 tours.min<sup>-1</sup>. Le  
 débit d'extrusion est de 15kg/h. La filière est composée d'un seul orifice de diamètre 2.4

mm. L'eau de coupe est maintenue à 85°C. Le porte-couteaux comporte deux couteaux et la fréquence de coupe est 2800 tours/min

On obtient par cette méthode des granulés de PET expansés rigides de densité 0.7 g/cm<sup>3</sup>.

## REVENDEICATIONS

1. Procédé de préparation d'une perle à base de polymère expansé et à peau continue  
5 comprenant les étapes successives suivantes :
  - a) extruder à travers une filière une composition expansible comprenant un polymère thermoplastique et un agent d'expansion, à l'état fondu, pour réaliser l'expansion
  - b) refroidir et couper le matériau expansé obtenu en sortie de filière à l'aide d'un  
10 couteau
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent d'expansion est un gaz pouvant se disperser ou se dissoudre dans le polymère à l'état fondu
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent d'expansion est un  
15 agent porogène
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent d'expansion est un composé volatile pouvant se dissoudre dans le polymère à l'état fondu
- 20 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent d'expansion est un composé chimique pouvant réagir chimiquement avec le polymère par chauffage en générant un gaz.
- 25 6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polymère est un polyamide
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la composition expansible comprend un nucléant et/ou un surfactant et/ou un plastifiant
- 30 8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la composition expansible comprend des charges de renfort telles que des fibres de verre, des matifiants, des pigments, des colorants, des stabilisants chaleur ou lumière, des agents bioactifs, des agents antisalissure, et/ou des agents  
35 antistatiques.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la perle obtenue présente un diamètre inférieur ou égal à 10 mm, de préférence inférieur ou égal à 5 mm.
- 5 10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la perle obtenue présente une masse volumique inférieure ou égale à  $0,8 \text{ g/cm}^3$ , de préférence inférieure ou égale  $0,5 \text{ g/cm}^3$ , encore plus préférentiellement inférieure ou égale à  $0,3 \text{ g/cm}^3$
- 10 11. Perle à base de polyamide expansé présentant une peau continue.
12. Perle selon la revendication 11, caractérisée en ce qu'elle présente un diamètre inférieur ou égal à 10 mm, de préférence inférieur ou égal à 5 mm.
- 15 13. Perle selon la revendication 11 ou 12, caractérisée en ce qu'elle présente une masse volumique inférieure ou égale à  $0,8 \text{ g/cm}^3$ , de préférence inférieure ou égale  $0,5 \text{ g/cm}^3$ , encore plus préférentiellement inférieure ou égale à  $0,3 \text{ g/cm}^3$

1/2

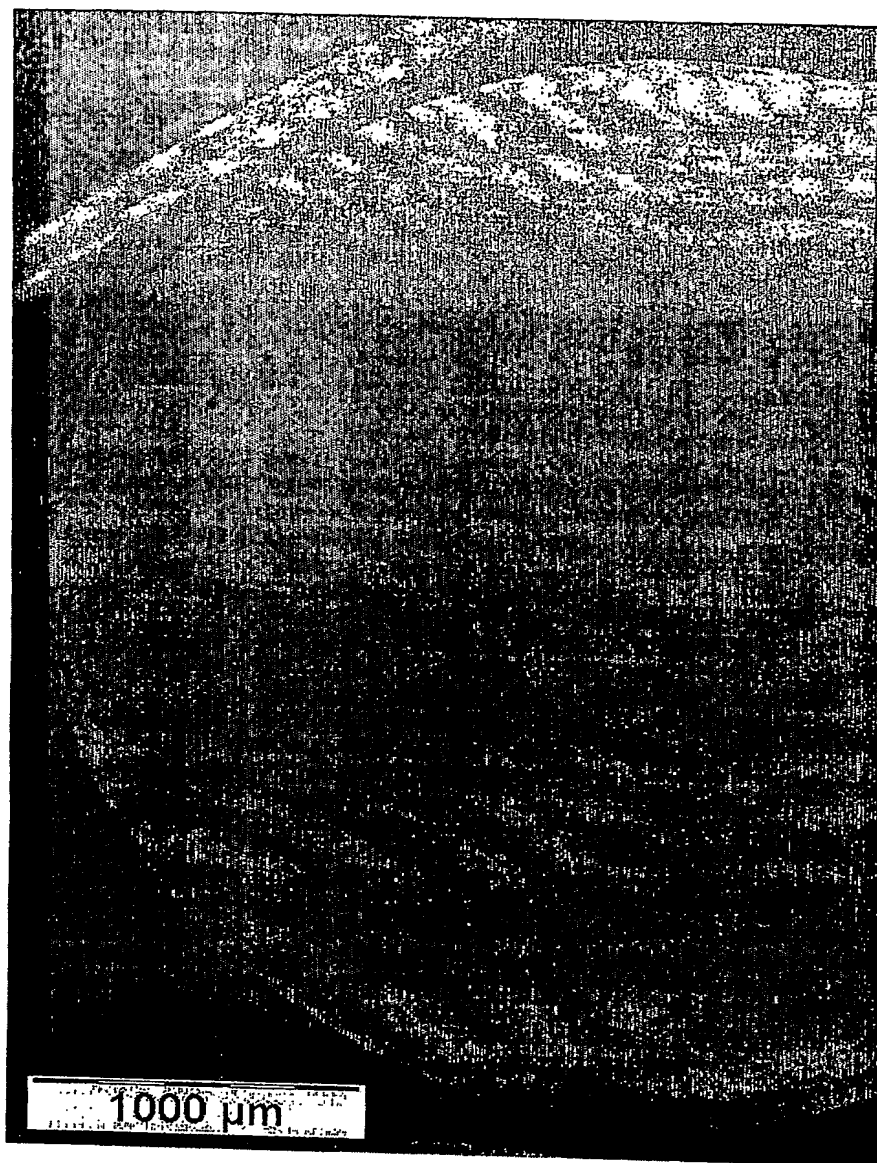


Figure 1

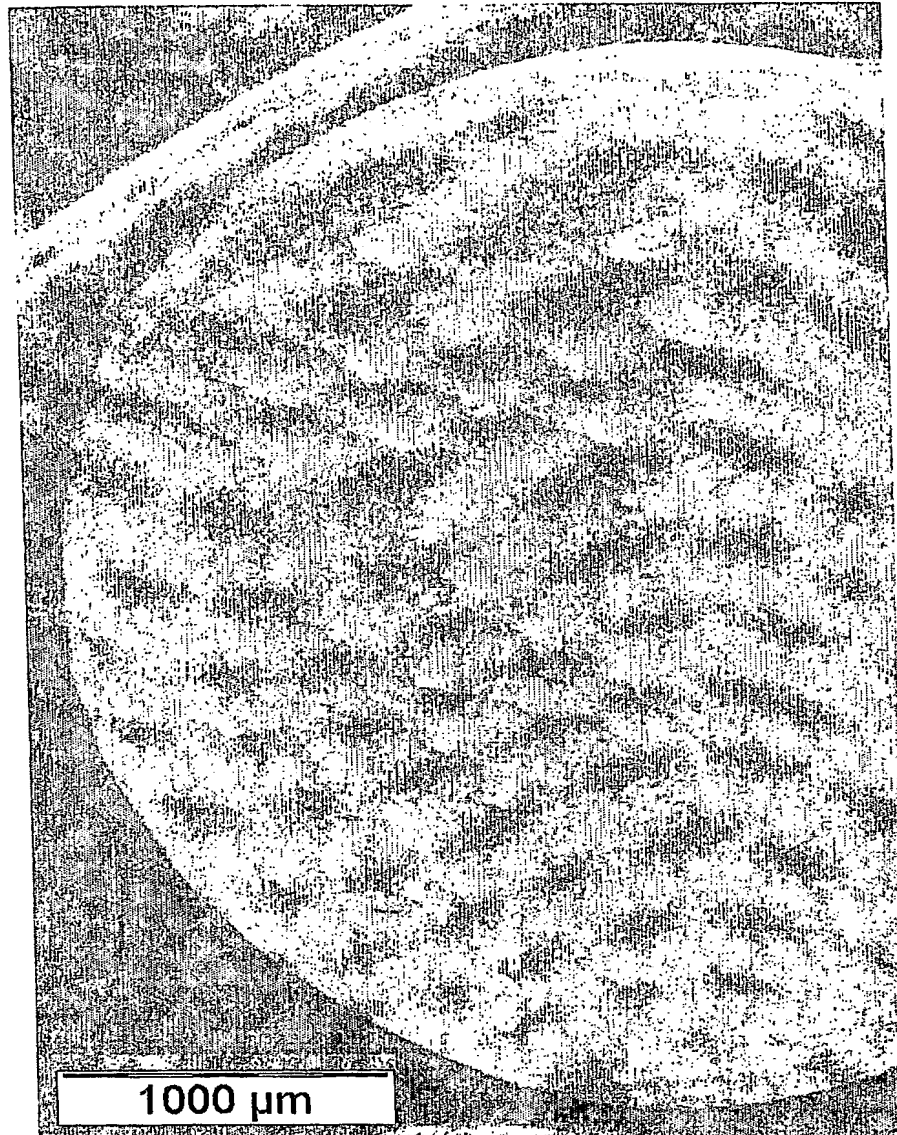


Figure 1

2/2



Figure 2



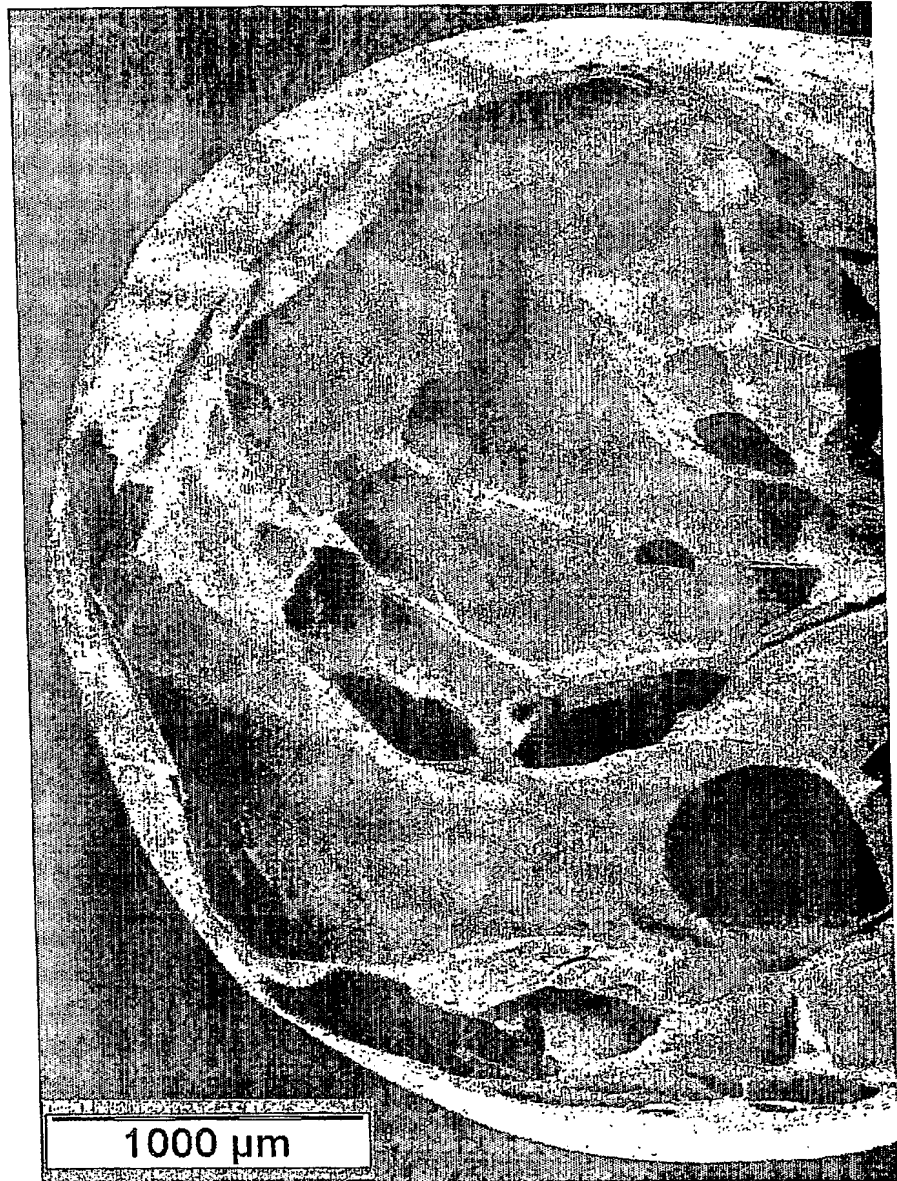


Figure 2



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

➤ **N° Indigo 0 825 83 85 87**  
0,15 € TTC/mn

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

**cerfa**  
N° 11235°03

**DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)** Page N° 1.. / 1..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire



DB 113 © W / 210103

<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>		R 03102
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0308210
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)		
PROCÉDE DE PREPARATION DE PERLE A BASE DE POLYMERES EXPANSE.		
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>		
RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES Avenue Ramboz BP33 69192 SAINT-FONS CEDEX FRANCE		
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b>		
<b>1</b>	Nom	BRIOIS
	Prénoms	Jean-François
Adresse	Rue	9, passage des Alouettes
	Code postal et ville	69192 LYON
Société d'appartenance (facultatif)		
<b>2</b>	Nom	ESTUR
	Prénoms	Jean-François
Adresse	Rue	53, allée Anthonin Dumas
	Code postal et ville	69192 SAINT-GENIS LAVAL
Société d'appartenance (facultatif)		
<b>3</b>	Nom	ROCHE
	Prénoms	Eric
Adresse	Rue	Route de Mongey
	Code postal et ville	69192 LUZINAY
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		
 ESSON Jean-Pierre		

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**